

⑫ 公開特許公報(A)

平4-59631

⑬ Int. Cl.⁵C 03 B 37/027
// G 02 B 6/00

識別記号

Z
3 5 6 A

庁内整理番号

8821-4G
7036-2K

⑭ 公開 平成4年(1992)2月26日

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全7頁)

⑮ 発明の名称 光ファイバの線引方法

⑯ 特 願 平2-166763

⑰ 出 願 平2(1990)6月27日

⑱ 発 明 者 大 賀 裕 一 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑱ 発 明 者 石 川 真 二 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑱ 発 明 者 金 森 弘 雄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑱ 発 明 者 吉 村 一 朗 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内

⑲ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

⑳ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外2名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバの線引方法

2. 特許請求の範囲

(1) プリフォームを溶融紡糸して光ファイバとする線引方法において、溶融紡糸炉の直下に内側に炉心管を有し該炉心管内を光ファイバが通過できるようにした加熱炉を設置して光ファイバを加熱しつつ線引し、且つ該炉心管内の雰囲気を不活性ガス雰囲気、融媒ガスを含む雰囲気または水素ガスを含む雰囲気のいずれかの雰囲気とすることを特徴とする光ファイバの線引方法。

(2) 該加熱炉の温度が500℃～1500℃であることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

(3) 該加熱炉に入る直前のファイバ温度が500℃～1500℃であることを特徴とする請求項(2)記載の光ファイバの線引方法。

(4) 該加熱炉をファイバが通過する時間が0.1

秒～10秒であることを特徴とする請求項(2)記載の光ファイバの線引方法。

(5) 該溶融紡糸炉の直下に設置する加熱炉は少なくとも1つ以上であり、該加熱炉を複数個設置する場合にはそれぞれを独立に温度制御可能とすることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

(6) 該炉心管の材質が石英、高純度カーボン、熱分解黒鉛被覆高純度カーボンまたはSiC被覆高純度カーボンであることを特徴とする請求項(1)記載の光ファイバの線引方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は光ファイバの線引方法に関し、詳しくはガラス中の原子、分子レベルの欠陥生成を抑え、かつ熱的ゆらぎを小さくして低損失で信頼性の高い光ファイバを得るための光ファイバの線引方法に関する。

〔従来の技術〕

従来、光ファイバ用ガラス母材(プリフォーム)

B1.

を光ファイバに溶融紡糸する線引方法としては、プリフォームを溶融紡糸炉（線引炉）で軟化温度以上の温度に加熱し、光ファイバをプリフォームから紡糸し、自然空冷した後、ダイスで樹脂組成物等の被覆材をかけるという手段が採用されていた。

具体的には、従来の線引装置の主要部の概念図である第7図に示すように、光ファイバ用母材101が送り込まれる炉心管102は、これを囲むカーボンヒータ103と共に炉体104に保持されている。この炉体104の上端部には、炉心管102やカーボンヒータ103等の酸化消耗を防止するため、窒素等の不活性ガスを溶融紡糸炉（線引炉）105内に供給するためのパージガス管106が接続し、これに伴って炉体104の上端には光ファイバ母材101の外周面に摺接するシールリング107が取付けられると共に炉体104の下端部にはシャッタ108が設けられ、線引炉105内を不活性ガスの雰囲気中に保持している。この線引炉105内で線引された光ファイバ

109は、コーティングダイス111に通し、例えば紫外線硬化樹脂の一次被覆が施される。光ファイバ109と共にコーティングダイス111を通過した紫外線硬化樹脂は、紫外線硬化装置113内で紫外線を照射されて硬化し、光ファイバ109と一体化する。この紫外線硬化装置113の下端には、紫外線硬化樹脂の硬化の妨げとなる酸素の存在を除去するため、窒素ガス等のパージガスの導入管114が接続しており、これに伴って紫外線硬化装置113の上端にはパージガスの流出を少なくするシャッタ115が設けられている。更に、この紫外線硬化装置113の下端には二次被覆用のコーティングダイス116とこれによる硬化装置117とが順に配設され、一次被覆を施された光ファイバ118は二次被覆された光ファイバ素線119となって方向変換ローラ120を介し図示しない巻取装置に巻き取られて行くようになっている。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来法では、光ファイバが線引炉から直接室温

に引き出されていたために、急冷によって欠陥が凍結されて残存する。また、高温の炉（～2000℃）にガラスを保持するので、ガラス中の熱的ゆらぎが大きくなるという問題がある。これらの問題の解決は、光ファイバの伝送損失を下げる上で、また長期的な損失増加を防ぎ信頼性の高いファイバを得る上で、極めて重大な課題であった。

本発明は上記課題を解決して、低損失で信頼性の高い光ファイバを製造できる光ファイバの線引方法を提供しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明はプリフォームを溶融紡糸して光ファイバとする線引方法において、溶融紡糸炉の直下に内側に炉心管を有し該炉心管内を光ファイバが通過できるようにした加熱炉を設置して光ファイバを加熱しつつ線引し、且つ該炉心管内の雰囲気を入活性ガス雰囲気、酸素ガスを含む雰囲気または水素ガスを含む雰囲気、いずれかの雰囲気とすることを特徴とする光ファイバの線引方法により上記課題を解決するものである。

本発明においては、該加熱炉の温度が500℃～1500℃であること、該加熱炉に入る直前のファイバ温度が500℃～1500℃であること、該加熱炉をファイバが通過する時間が0.1秒～1.0秒であることが、何れも特に好ましい実施形態として挙げられる。

また、本発明において該溶融紡糸炉の直下に設置する加熱炉は少なくとも1つ以上であり、該加熱炉を複数個設置する場合にはそれぞれを独立に温度制御可能とすることがより効果が高く特に好ましい。

本発明の該炉心管の材質としては、石英、高純度カーボン、熱分解黒鉛被覆高純度カーボンまたはSiC被覆高純度カーボンであることが特に好ましい。

〔作用〕

ガラス中の固有散乱は、下記(1)式で表現することができる（ガラスハンドブック、朝倉書店）。

$$\epsilon = 8\pi^2/3 \lambda^4 (n^2 - 1) \epsilon T B + 16\pi^2 n/3 \lambda^4 (\partial n / \partial c) \Delta c^2 \delta V \quad \dots (1)$$

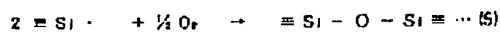
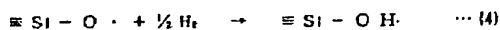
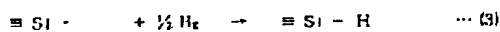
(I)式中、 n ：屈折率、 κ ：ボルツマン定数、 β ：圧縮率、 T ：徐冷温度付近に凍結された仮想温度、 Δc^2 ：濃度のゆらぎの二乗平均値、 δV ：ゆらぎ部分の体積である。

即ち、(I)式第一項はガラスが液状から凍結する際の温度ゆらぎが過冷却状態で保存されるために生ずる密度ゆらぎに起因するものであり、第二項は組成変動に基づく濃度ゆらぎによるものである。

本発明は、溶融紡糸炉（練引炉）直下でファイバを再加熱することにより、ファイバを高温状態から急冷させることを避け、(I)式第一項の仮想温度を低くし、ファイバ中の固有散乱 κ を低減させるのに有効に働く。

光ファイバ中の欠陥濃度をESRで測定したところ、従来法で練引したファイバにはE'セクタ（ $\equiv \text{Si} \cdot$ ）が、 1.09×10^{14} spins/g 存在していたが、本発明に従い練引炉直下に加熱炉を設置し、ファイバを再加熱しつつ練引したファイバのE'セクタ濃度は 0.76×10^{14} spins/g と減少していた。即ち、加熱処理によってE'セクタが

～(5)式等の反応式が推定される。



等々

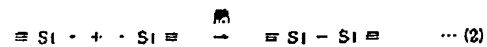
なお、 H_2 は O_2 にくらべ拡散係数が大きいので、それだけ母材中心部まで拡散しやすく、純シリカコア部に存在する欠陥（ $\equiv \text{Si} \cdot$ ）を埋めると推定される。

本発明における加熱温度としては、500℃以上、1500℃以下が望ましい。即ち500℃未満では熱処理の十分な効果が期待できず、また、1500℃を超えては熱によりファイバが変形してしまい練引不能となるからである。

以上の理由により、加熱炉に入る直前のファイバ濃度も、上記範囲（500℃～1500℃）が望ましいと言える。

ファイバを加熱する時間（ファイバが加熱炉を通過する時間）は0.1秒以下では熱処理の十分な効果が得られず不適当であり、10秒以上かけて

再結合したと推定される（(2)式）。



以上のことから、ファイバの再加熱は欠陥抑制に対しても有効に働くことが証明された。

E'セクタ以外に、 $\equiv \text{Si}-\text{O} \cdot$ 、 $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{O} \cdot$ 等の非炭素酸素ラジカルもファイバ再加熱により、 $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ 、 $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ に再結合されると推定でき、より安定な構造のファイバが製造可能となる。

本発明では加熱炉内に炉心管を設けることにより、ファイバを加熱する雰囲気気を任意に調整することが可能となる。

加熱処理する雰囲気気を He 、 N_2 、 Ar 等の不活性ガス雰囲気とする場合は、流速が遅いほど加熱炉内滞在時間が長くなり、それだけ欠陥量が減ってくると考えられる。

また、欠陥抑制に関しては、加熱処理雰囲気水を水素を含む雰囲気あるいは酸素を含む雰囲気として処理することも有効に作用する。即ち、下記(3)

徐冷することは、練引装置の設計上実用的でない。

加熱炉は少なくとも1つ以上設ける。複数個設ける場合はそれぞれ独立して温度制御できる構成としておくことにより、段階的に徐冷できる効果を大きくできる。

本発明に用いる炉心管としては、石英、高純度カーボン、熱分解黒鉛被覆高純度カーボン、SiC被覆高純度カーボン等が好ましいものとして挙げられる。

〔実施例〕

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例1

第1図は本発明の装置の概略を示す図であり、第7図と共通する符号は同様の部分を意味する。本実施例では、加熱炉1の長さは60cmとして、溶融紡糸炉（練引炉）105の直下に設置し、加熱炉1とダイスの間隔は50cmとした。また、加熱炉1内には、ガス供給口とガス排出口を有し、所望の雰囲気気に保てる構造の石英炉心管2を配し

である。また、加熱炉1にはSiCシリコニット炉を使用した。

コアが純石英、クラッドがフッ素添加石英からなるシングルモードファイバ用ガラス母材101を融引炉105で母材の軟化温度以上に加熱し、光ファイバ10に融引する。加熱炉直前のファイバ温度は1100℃であった。このとき、加熱炉1は1200℃に設定した。また、炉心管には外径40mmφの石英管を用い、炉心管内はHeを3ℓ/minで供給した。線速は30m/分に設定し、光ファイバを加熱炉内に通過させた。加熱炉内に1.2秒保持されたことになる。第2図に本実施例の融引炉から加熱炉を経て紫外線硬化装置にいたる温度分布を実線で示した。なお、図中の破線は、加熱しない以外は実施例1と同条件で行った従来法の場合の温度分布を示す。

以上で得られた本発明ファイバ及び従来法によるファイバについて損失を測定し、固有散乱を求めた。また、光ファイバ中の欠陥であるE'センタ(Si・)濃度をESRで分析した。

ファイバを同様にESR分析したところ、E'センタ濃度は検出限界以下であった。即ち、ガラス中にH₂分子が拡散し、 $\text{Si} \cdot + \frac{1}{2} \text{H}_2 \rightarrow \text{SiH}$ という反応が生じた結果と考えられる。本実施例のファイバと従来ファイバについて、耐γ線特性を調査した。線量率は10⁴ R/hourで1時間照射した。第6図に結果を本実施例を実線で、従来法を破線で示す。本発明の方法によってγ線による損失増加量が抑えられることを確認した。

実施例3

実施例1と同様の構成において、加熱炉の雰囲気をO₂100%とした。本実施例によるファイバを同様にESR分析したところ、E'センタ濃度は検出限界であった。即ち、ガラス中に酸素分子が拡散し、 $2 \equiv \text{Si} \cdot + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \equiv \text{Si}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ という反応が生じた結果と考えられる。

実施例4

第3図に示すように、加熱炉が、独立して温度制御可能なヒータ1a、1b及び1cを有してなる構成で本発明により光ファイバを作成した。ヒ

第4図に損失波長特性の1/λ⁴プロットを実線で示す(傾きがレイリー散乱である)。同図中に破線で示した従来法ファイバの散乱係数が0.95 dB/km・μm⁴であるのに対し、本発明によるファイバでは0.88 dB/km・μm⁴まで低減されていることがわかる。

第5図は光ファイバ中のE'センタ濃度を融引速度をパラメータとしてプロットしたもので、本実施例を実線で、従来法によるものを一点鎖線で示してある。本実施例の30m/分だけでなく、高速融引においても、融引炉直下に加熱炉を設置してフェニルを融引した方が、E'センタ欠陥生成量が低く抑えられていた。

また、残留応力を測定したところ、本実施例ファイバでは2 kgf/mm²となったが、従来法によるものでは5 kgf/mm²であった。加熱処理により残留応力が減少していることがわかる。

実施例2

実施例1と同様の構成において、加熱炉の雰囲気をH₂100%雰囲気とした。本実施例によるフ

ータ温度は、ヒータ1a:1500℃、ヒータ1b:1200℃、ヒータ1c:900℃とし、炉心管2内の雰囲気はHe雰囲気各600mmℓとし、その他の条件は実施例1と同様である。

得られたファイバについて同様に測定したところ、E'センタ濃度は 2.14×10^{14} spins/gまで減少した(線速30m/分)。本実施例では独立して温度制御することにより、室温に冷却するまでの時間を長くできることから、より除冷効果を高めることができたと考えられる。また、レイリー散乱係数は0.85 dB/kmであった。以上の実施例において本発明の加熱炉はSiCシリコニット炉について説明したが、所望の温度に加熱できる炉であれば、カーボン発熱電気抵抗炉、カンタルスーパーヒーター炉(石英製炉心管)その他、その形態を問わないことは言うまでもない。

また、炉心管についても、カーボン、石英、熱分解黒鉛被覆カーボン、SiC被覆カーボン等の種々の材質から適宜、好ましい材質を選択すればよい。

また、本実施例においては、純石英コア/フッ素添加石英クラッドからなるシングルモードファイバを例にとって示したが、コア及び/又はクラッドのガラス中に他の添加物例えばGe、P、F、As等を含む光ファイバの線引でも同様の効果は得られる。

(発明の効果)

以上説明したように、本発明の光ファイバの線引方法によれば、加熱軟化して線引されたファイバが線引温度から急冷されることがなく、加熱炉を通過して徐冷されるために、軟化時に生ずるガラス中の熱的ゆらぎ及びガラス中の欠陥が凍結されることがなく、伝送特性、耐環境特性の安定した光ファイバを得ることができる。

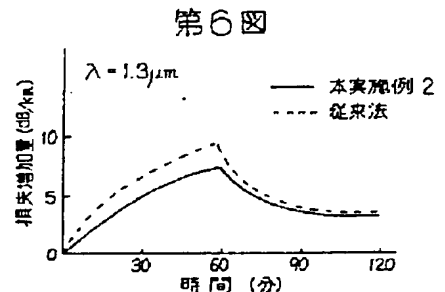
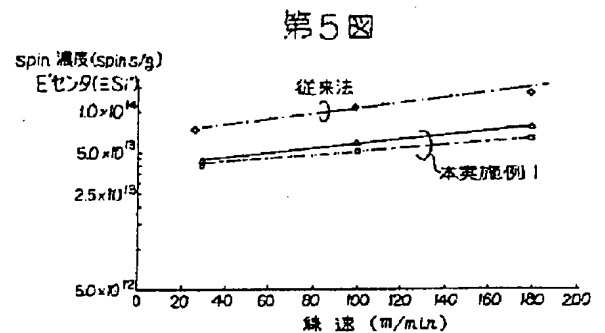
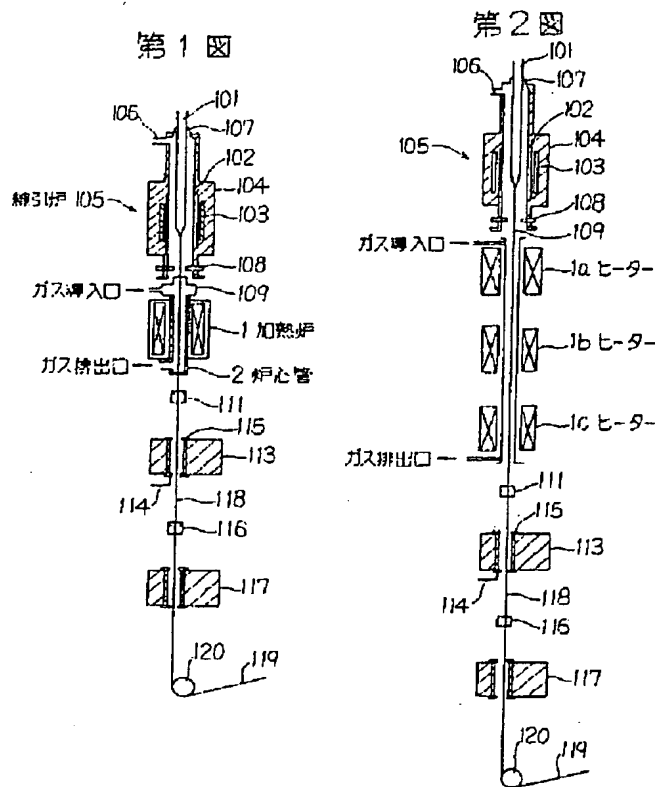
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施態様を示す概略図、第2図は本発明の他の実施態様で複数層の加熱炉を有する場合を示す概略図、第3図は本発明と従来法の温度分布を比較した図、第4図は損失特性を λ に対してプロットして本発明と従来法とを比較

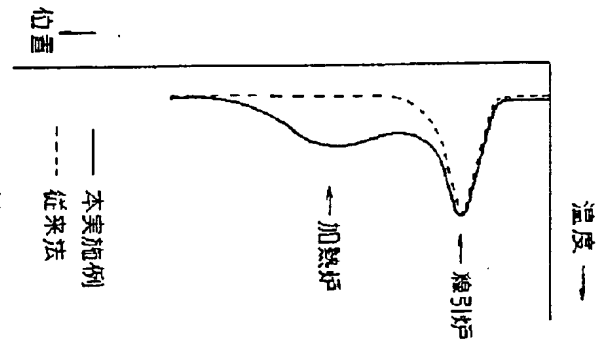
した図、第5図は光ファイバ中のE'セクタ濃度に関して、本発明と従来法とを比較した図、第6図は実施例2による本発明ファイバの耐γ線特性について、従来法によるファイバと比較した図、第7図は従来法の説明図である。

図中、1、1a、1b、1c：炉心管を有する加熱炉、2：炉心管、101：光ファイバ母材、102：炉心管、103：カーボンヒータ、104：炉体、105：線引炉、106：パーシガス管、107：シールリング、108：シャック、109：光ファイバ、110：光ファイバ、111：ダイス、113：硬化装置、114：パーシガス導入管、115：シャック、116：ダイス、117：硬化装置、118：一次被覆光ファイバ、119：二次被覆ファイバ、120：方向変換ロールを示す。

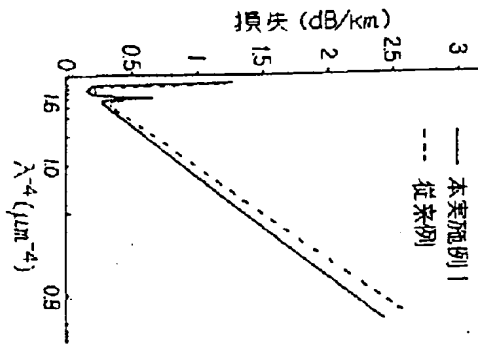
代理人 内 田 明
代理人 森 原 亮 一
代理人 安 西 篤 夫



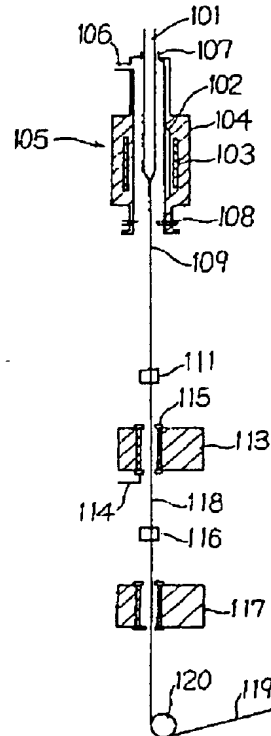
第3図



第4図



第7図



第1頁の続き

②発明者 横 田 弘 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内